

# Micro-reactor for small-scale laboratory trials has modules with separately-regulated heat exchanger medium temperature control

Patent Number : EP1125630

International patents classification : B01J-019/00

**• Abstract :**

EP1125630 A NOVELTY - A chemical micro-reactor for two or more reactants has a series of horizontal chambers formed by three or more stacked plates or panels. Each reactant flows through a horizontal zone which is in contact with a heat exchanger medium. The temperature of each heat exchange medium may especially be set independently of the others.

DETAILED DESCRIPTION - The panels or layers (2a,2b,3a,3b,4a,4b) are stacked to form horizontal chambers for the chemical process and forming functional modules (2,3,4) in which a physical or a chemical process takes place. The upper layer (2a) has two or more separate groove systems which can be independently supplied with heat media at different temperatures. The lower layer (2b) has two separate groove systems which are parallel to the grooves in the upper layer and which may be fed independently with two gaseous and fluid reactants. INDEPENDENT CLAIMS are also included for:

(1) operation of the micro-reactor; and

(2) manufacturing of the reactor by vacuum soldering, diffusion welding or pressing.

USE - Micro-reactor for small-scale laboratory trials of new chemical processes.

ADVANTAGE - The low-cost reactor is suitable for single use. The modular construction facilitates easy adaptation for trial process modification.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The drawing is a sketch of the micro-reactor component parts presented for assembly.

Functional modules 2,3,4 (Dwg.1/5)

**• Publication data :**

Patent Family : EP1125630 A2 20010822 DW2001-61 B01J-019/00 Ger 10p \* AP: 2001EP-0102955 20010208 DSR: AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LT LU LV MC MK NL PT RO SE SI TR

Priority n° : 2000DE-1006476 20000214

Covered countries : 26

Publications count : 1

**• Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (CPCC-) CPC CELLULAR PROCESS CHEM GMBH

Inventor(s) : OBERBECK S; SCHWALBE T

**• Accession codes :**

Accession N° : 2001-543082 [61]

Sec. Acc. n° CPI : C2001-162173

**• Derwent codes :**

Manual code : CPI: E07-A02E E07-A04 E07-D03 E10-A15F E10-D03 E10-E04E E10-E04L E10-F02 E10-H01E E10-H04 E10-J02A1 E10-J02A2 E10-J02B4 E10-J02D E31-A05 J04-X

Derwent Classes : E19 J04

Compound Numbers : R00904-K R00904-U R00913-K R00913-U R00345-K R00345-U R00101-K R00101-U R00306-K R00306-U R00862-K R00862-U R00864-K R00864-U R00204-K R00204-U R00895-K R00895-U R00272-K R00272-U R00437-K R00437-U R00278-K R00278-U R05268-K R05268-U R00270-K R00270-U R00245-K R00245-U R00302-K R00302-U R00271-K R00271-U R00304-K R00304-U R00342-K R00342-U R01740-K R01740-U R01568-K R01568-U R01057-K R01057-U 0047-69201-K 0047-69201-U 0047-69202-K 0047-69202-U 0047-69203-K 0047-69203-U 0047-69204-K 0047-69204-U 0047-69205-K 0047-69205-U 0047-69206-K 0047-69206-U 0047-69207-K 0047-69207-U 0047-69208-K 0047-69208-P 0047-69209-K 0047-69209-P

**• Update codes :**

Basic update code :2001-61

**Others :**

Image Copyright

Thomson Derwent

**Keyword Index Terms**

[1] 38-0-0-0-CL; 38-0-0-0-USE; 36-0-0-0-CL; 36-0-0-0-USE; 27-0-0-0-CL; 27-0-0-0-USE; 22-0-0-0-CL; 22-0-0-0-USE; 8-0-0-0-CL; 8-0-0-0-USE; 26-0-0-0-CL; 26-0-0-0-USE; 40-0-0-0-CL; 40-0-0-0-USE; 16-0-0-0-CL; 16-0-0-0-USE; 19-0-0-0-CL; 19-0-0-0-USE; 5-0-0-0-CL; 5-0-0-0-USE; 37-0-0-0-CL; 37-0-0-0-USE; 23-0-0-0-CL; 23-0-0-0-USE; 414-0-0-0-CL; 414-0-0-0-USE; 15-0-0-0-CL; 15-0-0-0-USE; 6-0-0-0-CL; 6-0-0-0-USE; 331-0-0-0-CL; 331-0-0-0-USE; 33-0-0-0-CL; 33-0-0-0-USE; 14-0-0-0-CL; 14-0-0-0-USE; 18-0-0-0-CL; 18-0-0-0-USE; 3-0-0-0-CL; 3-0-0-0-USE; 1678-0-0-0-



CL; 1678-0-0-0-USE; 30-0-0-0-CL; 30-0-0-0-  
USE; 0047-69201-CL; 0047-69201-USE;  
0047-69202-CL; 0047-69202-USE; 0047-  
69203-CL; 0047-69203-USE; 0047-69204-CL;  
0047-69204-USE; 0047-69205-CL; 0047-  
69205-USE; 0047-69206-CL; 0047- 69206-  
USE; 0047-69207-CL; 0047-69207-USE;  
0047-69208-CL; 0047-69208-PRD; 0047-  
69209-CL; 0047-69209-PRD

UP4

2001-10





Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 1 125 630 A2**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
22.08.2001 Patentblatt 2001/34

(51) Int Cl.7: **B01J 19/00**

(21) Anmeldenummer: 01102955.0

(22) Anmeldetag: 08.02.2001

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

(71) Anmelder: **CPC Cellular Process Chemistry  
GmbH**  
**60343 Frankfurt (DE)**

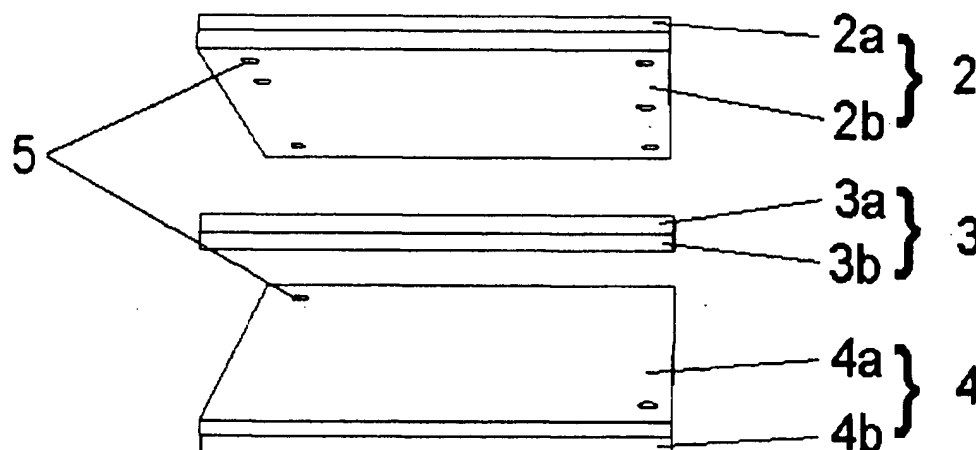
(72) Erfinder:  
• **Schwalbe, Thomas, Dr.**  
**61118 Bad Vilbel (DE)**  
• **Oberbeck, Sebastian**  
**35781 Weilburg (DE)**

(30) Priorität: 14.02.2000 DE 10006476

(54) **Mikroreaktor mit verbessertem Wärmetauscher**

(57) Die Erfindung betrifft einen Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens 2 chemischen Reaktanten, wobei die chemische Prozessführung in horizontalen Räumen stattfindet, die von drei oder mehreren übereinander gestapelten Platten

oder Schichten gebildet werden, wobei jeweils jeder Reaktant einen horizontalen Bereich durchströmt, der mit einem Wärmeaustauschermedium in Kontakt steht, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur der jeweiligen Wärmeaustauschermedien unabhängig voneinander eingestellt werden kann.



**Fig. 2**

**EP 1 125 630 A2**

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf einen Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens 2 chemischen Reaktanten, wobei die chemische Prozessführung in horizontalen Räumen, insbesondere in der Plattenebene gelegenen Räumen, stattfindet, die von drei oder mehreren übereinander gestapelten Platten oder Schichten gebildet werden, wobei jeweils jeder Reaktant einen horizontalen Bereich durchströmt, der mit einem WärmeaustauschermEDIUM in Kontakt steht, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur der jeweiligen WärmeaustauschermEDIUM unabhängig voneinander eingestellt werden kann.

Ein solcher Mikroreaktor stellt ein miniaturisiertes Reaktionssystem für die Verfahrenstechnik und die chemische Prozesstechnik dar. Ein Mikroreaktor der oberbegrifflichen Art ist zum Beispiel aus der EP 0 688 242 B1 bekannt. Dieser Mikroreaktor wird aus einer Vielzahl von aufeinandergestapelten und miteinander verbundenen Plättchen aufgebaut, auf deren Oberflächen sich mikromechanisch erzeugte Strukturen befinden, die in ihrem Zusammenwirken Reaktionsräume bilden, um jeweils erwünschte chemische Reaktionen auszuführen. Es ist wenigstens ein durch das System hindurchführender Kanal enthalten, der mit dem Einlass und dem Auslass verbunden ist. Die einzelnen Plättchen können unterschiedlich temperiert werden, jedoch ist es nicht möglich, zwei Reaktanten bei verschiedenen Temperaturen einzuleiten. In der präparativen organischen Chemie ist eine Vielzahl von Reaktionen bekannt, bei denen der eine Reaktant hochreaktiv und zersetzlich ist und daher bei niedrigen Temperaturen (zwischen - 100°C und 0°C) vorgelegt wird, und der zweite Reaktant bei erhöhter Temperatur (zwischen 20°C und 180°C) hinzudosiert wird.

[0002] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Mikroreaktorsystem zu schaffen, das eine einfache unterschiedlich präprozessuale Temperierung zweier Reaktanten ermöglicht. Der Mikroreaktor soll eine exakte Temperaturführung der Reaktionsprozesse und je nach Wunsch in unterschiedlichen Bereichen gezielte laminare oder turbulente Strömungen zu erzeugen. Der Mikroreaktor soll ferner preiswert herstellbar sein, um gegebenenfalls im Einwegsystem verwendet zu werden. Es soll aber auch der Aufbau unterschiedlicher Anordnungen, Geometrien und/oder Größen des Reaktors möglich sein, um Verfahrensweisen unter Laborbedingungen bis zur Vorserienproduktion und Kleinserienproduktion studieren zu können.

[0003] Die gestellte Aufgabe wird aufgrund der Merkmale des Anspruchs 1 gelöst und durch die weiteren Merkmale der Unteransprüche ausgestaltet und weiterentwickelt. Im einzelnen werden Funktionsmodule gebildet, die sich im Hinblick auf die durchzuführende chemische Prozessführung geeignet zusammenstellen lassen und gegebenenfalls lösbar miteinander verbunden werden. Die modulare Bauweise ermöglicht eine einfache

Anpassung an die jeweils auftretenden Bedingungen auch wechselnder Art, indem einzelne Elemente des Mikroreaktors austauschbar sind, wenn sich die erhofften Ergebnisse nicht einstellen oder wenn Defekte auftreten.

[0004] Durch Austausch von Komponenten kann man die Fluidführung schließlich so dimensionieren, dass sich eine verbesserte Temperaturführung der Reaktionen einstellt, oder dass eine höhere Selektivität und eine verringerte Bildung unerwünschter Nebenreaktionsprodukte beobachtet wird, d.h. dass man das erwünschte Produkt mit weniger Verunreinigungen erhält.

[0005] Die Dimensionen und Formgebung des erfindungsgemäßen Mikroreaktors sind an sich unkritisch. Definitionsgemäß ist bei einem Mikroreaktor die Abmessung mindestens einer Komponente kleiner als 1 mm.

[0006] Die einzelnen Platten oder Schichten können in jeder geometrischen Form vorliegen. Vorzugsweise sind sie rund, oval, quadratisch oder rechteckig. Quadratische Platten sind im Hinblick auf ihre Positionierbarkeit besonders bevorzugt.

[0007] Von grundlegender Bedeutung für richtiges Funktionieren des Mikroreaktors ist die Flüssigkeits- und gasdichte Verbindung zwischen den einzelnen Modulen des Mikroreaktors. Zu diesem Zweck werden Oberflächenbereiche der Platten speziell bearbeitet, die Fluidkanäle werden geeignet geführt und die Anschlüsse so ausgeführt, dass beim Zusammenbau der Module ausreichende Sicherheit vor Leckagen gewährleistet wird.

[0008] Während die verfahrenstechnischen Einzeloperationen in den einzelnen Funktionsmodulen vor sich gehen, sind diese durch vertikale Kanäle miteinander verbunden, um das Fluid von Stufe zu Stufe weiterzuverarbeiten. Die Funktionsmodule selbst enthalten horizontale Kanäle und Räume, die für die jeweilig vorgesehenen Prozessschritte zugeschnitten sind. Zwischen den Kanälen und den Räumen gibt es Trennsteg, die aufgrund des auf den Stapel der Funktionsmodule ausgeübten Druckes dicht werden. Es ist somit festzustellen, dass für die Zu- und Abfuhr der Reaktanten und der Hilfsmedien vertikale Kanäle zuständig sind, während die Reaktionen selbst in sich horizontal erstreckenden Räumen stattfinden.

[0009] Als Material der Platten oder Schichten kommen Metall (Edelstahl), Glas, Keramik, Halbleitermaterial, insbesondere auf der Basis von Silizium, sowie Kunststoffe in Betracht. Die Auswahl dieser Werkstoffe oder von Kombinationen davon richtet sich nach dem vorgesehenen Verwendungszweck. Ganz besonders bevorzugt ist Edelstahl.

[0010] Die Erfindung wird anhand der Zeichnung beschrieben. Dabei zeigen:

Fig. 1 die Oberseite der obersten Platte des Mikroreaktors.

Fig. 2 einen Mikroreaktor in schematischer, auseinander-

andergezogener Darstellung.

Fig. 3 eine vergrößerte Oberseite des Wärmeaustauschermoduls des Mikroreaktors für die präprozessuale Behandlung der Reaktanten.

Fig. 4 eine vergrößerte Unterseite des Wärmeaustauschermoduls mit der Funktion der Eduktführung.

Fig. 5 einen Längsschnitt durch dieses Wärmeaustauschermodul.

[0011] In dem in Fig. 1 gezeigten obersten Blech 1 befinden sich insgesamt fünfzehn Bohrungen, von denen jeweils eine in den vier Ecken des Bleches positioniert sind (10). Diese weisen einen Durchmesser von 0,75 bis 1,5 mm auf und sind deutlich kleiner als die übrigen elf Bohrungen (11a, 11b, 12, 13). Die kleinen Bohrungen dienen der Aufnahme von Positionierstiften, mit denen die Bleche zueinander und zu den zuführenden Anschlüssen ausgerichtet werden können. Diese Bohrungen finden sich demnach an gleicher Stelle auch in den folgenden Blechen. Die übrigen Bohrungen des obersten Bleches haben einen Durchmesser von 1,7 bis 2,5 mm und dienen der Zu- (11a) und Abführung (11b) der Wärmeaustauscherm Medien, der Zuführung der Reaktanten (12) und der Abführung des Produktes (13).

[0012] Zwischen dem in Fig. 2 nicht gezeigten obersten Blech 1 und einem nicht gezeigten untersten Blech sind mehrere Funktionsmodule (2, 3, 4) angeordnet, die nach dem Zusammenbau miteinander verbunden sind oder unter Druck so zusammen gehalten werden, dass Abdichtflächen zwischen den Modulen zusammengepresst werden. Jedes Funktionsmodul (2, 3, 4) enthält eine Modulhälfte (2a, 2b, 3a, 3b, 4a, 4b), die gegebenenfalls jeweils rahmenartig gestaltet sind, um Abdichtflächen darzubieten, die beim Aufeinanderpressen der Hälften abdichten. Die im Deckel angebrachten Fluidanschlüsse, setzen sich in Fluidkanälen (5) durch die einzelnen Funktionsmodule fort. Von dort gibt es horizontale Kanäle zu Funktionsräumen (6), die in der Regel ein Kanalsystem oder Labyrinthsystem beinhalten. Die Kanäle der Funktionsräume laufen im allgemeinen schräg oder quer zueinander.

[0013] Die aus zwei Hälften zusammengebauten Funktionsmodule zeigen an ihren Oberflächen jeweils Öffnungen der Kanäle (5), die in standardisierten Abständen angeordnet sind, um beim Stapelaufbau von Funktionsmodulen genau zueinander zu fluchten. Diese Öffnungen sind mit Dichtstrukturen versehen, um fortlaufende Kanäle (5) abdichtend zu kuppeln. Diese Dichtstrukturen können als zylindrische Stützen mit kegelförmigen oder sphärischen Abdichtflächen ausgebildet und genügend nachgiebig sein, damit die plattenförmigen Funktionsmodule mit ihrem gesamten Randbereich aufeinander liegen, um den Pressdruck auf die innenliegenden Abdichtflächen zu übertragen.

[0014] Im dargestellten Ausführungsbeispiel sei angenommen, dass das Funktionsmodul (2) einen Wärmetauscher darstellt, der aus einer Wärmetauscherhälfte (2a) für zwei Kühl- und/oder Heizmedien und einer

Wärmetauscherhälfte (2b) für Reaktantenführung besteht.

[0015] Die in Fig. 3 detailliert dargestellte Wärmetauscherhälfte (2a) ist derart strukturiert, dass sich auf der Oberseite zwei getrennte, nebeneinanderliegende Wärmetauscher (30a, 30b) befinden, die von oben durch das erste Blech hindurch mit Wärmeaustauscherm Medien unterschiedlicher Art und/oder Temperatur beschickt werden können.

[0016] Die in Fig. 4 detailliert dargestellte Wärmetauscherhälfte (2b) ist derart strukturiert, dass hier zwei Edukte, die von oben durch das erste und das zweite Blech hindurchgeführt werden, räumlich voneinander getrennt entlangfließen können und zwar in Bereichen (40a, 40b), die den auf der Oberseite befindlichen Wärmetauschern gegenüberliegend sind. Die in Fig. 5 detailliert dargestellte Trennwand (50) des Wärmeaustauschers (2) ist sehr dünn (einige  $\mu\text{m}$ ), so dass die Wärme zwischen dem jeweiligen Edukt und dem entsprechenden Wärmeaustauscherm Medium effizient ausgetauscht werden kann. Dieser Bereich wird als Vorwärmetauscher oder Vorwärmbereich bezeichnet, wobei hier sowohl gekühlt als auch geheizt werden kann. Aus dem Vorwärmbereich werden die Wärmeaustauscherm Medien nach oben aus dem Mikroreaktor herausgeführt. Die Edukte werden nach unten weiter in den Mikroreaktor geführt.

[0017] Das Funktionsmodul 3 sei ein Mischer zum Mischen der Reaktionspartner A und B. Das Funktionsmodul 4 stellt eine Verweilstrecke dar, die aus einer Verweilstreckenhälfte 4a für Reaktionsprodukt und einer Verweilstreckenhälfte 4b für Kühl- und/oder Heizmedium besteht.

[0018] Der Mikroreaktor kann auch Durchführungen für Sensoren umfassen, um gewisse Parameter der in den Reaktoren ablaufenden chemischen Prozesse zu erfassen. Als Sensoren kommen vor allem Sensoren für Temperatur, Druck, Strömungsgeschwindigkeit, Volumen- oder Massestrom sowie pH-Wert in Betracht.

[0019] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Prozess zur Herstellung eines erfindungsgemäßen Mikroreaktors zur Durchführung chemischer Reaktionen, welcher folgende Schritte umfasst:

- (a) Herstellen von mindestens 3 Platten oder Schichten, deren Oberflächen Mikro- und/oder Feinwerktechnisch so bearbeitet werden, dass sie zusammen mit der Oberfläche einer weiteren Platte oder Schicht - horizontale Reaktionsräume aufweisen, wobei die erste Platte so ausgestaltet ist, dass jeweils jeder Reaktant einen horizontalen Bereich durchströmt, der mit einem Wärmeaustauscherm Medium in Kontakt steht, und die Temperatur der jeweiligen Wärmeaustauscherm Medien unabhängig voneinander eingestellt werden kann;
- (b) Positionieren, Stapeln und Verbinden der einzelnen Platten oder Schichten in geeigneter Reihenfolge.

[0020] Die Strukturierung bei Schritt (a) kann durch Ätzen, Laser- und Wasserstrahlschneiden und -bohren, Stanzen und Prägen, Fräsen, Hobeln und Bohren, Spritzguss und Sintern sowie Funkenerosiv und mit Kombinationen derselben erfolgen.

[0021] Vorzugsweise werden die Bleche der einzelnen Platten oder Schichten durch Ätzen und Laserstrahlschneiden und/oder -bohren hergestellt. Dabei werden die Außenkonturen und die Bohrungen vorzugsweise durch Laserstrahlschneiden bzw. -bohren hergestellt und die Kanalstrukturen vorzugsweise durch Ätzen erzeugt.

[0022] Ausgehend von einem Entwurf wird beim Ätzen zuerst eine Maske erstellt, die entweder die Positiv- oder Negativdarstellung der Geometrie beinhaltet. Dann wird auf das Substrat, vorzugsweise ein Metallblech, ein lichtempfindlicher Lack aufgetragen, in der Regel eine wenige  $\mu\text{m}$  Dicke Polymethylmethacrylat (PMMA) Schicht, welcher mit Hilfe der Maske und Ultravioletter Strahlung belichtet wird. In den belichteten oder unbelichteten Bereichen (je nach Positiv oder Negativresist) wird mit einem organischen Lösungsmittel, vorzugsweise Aceton, der Lack entfernt. Das so belackte, belichtete und entwickelte Substrat wird in eine entsprechende Ätzlösung getaucht, in der die freiliegenden Flächen dem Ätzangriff solange ausgesetzt werden, bis eine gewünschte Äztiefe erreicht ist.

[0023] Die Lagen müssen derart übereinander gestapelt sein, dass zum einen die Fluidführungen und Trennwände vollständig erhalten bleiben. Zum anderen muss eine völlig flüssigkeits- und gasdichte Verbindung zwischen den einzelnen Lagen erfolgen. Dies kann auf drei Weisen erfolgen, die unterschiedliche Voraussetzungen bedingen.

#### 1. Vakuumlöten

[0024] Das Vakuumlöten erfordert das Aufbringen eines Lotes auf die gesamte Oberfläche der Bleche. Dieses Lot kann Kupfer, Silber oder Gold sein und muss mit Rücksicht auf die Verträglichkeit mit den später im Mikroreaktor benutzten Medien ausgewählt werden. Im ersten Schritt werden die Bleche galvanisch mit dem gewählten Lot beschichtet. Im zweiten Schritt werden die gestapelten Bleche in einer Vorrichtung zusammengepresst. In einem Hochvakuumofen werden diese Stapel solange erhitzt bis das Lot schmilzt und sich an der Oberfläche mit den Blechen verbindet. Nach Abkühlen des Ofens erhält man einen fest und gasdicht miteinander verbundenen Stapel. Voraussetzungen für die erfolgreiche Durchführung sind eine Oberflächenrauheit von nicht mehr als  $5\mu\text{m}$ , die Oberfläche muss sauber und fettfrei sein.

#### 2. Diffusionsschweißen

[0025] Zunächst werden die Bleche aufeinander gestapelt und fest miteinander verpresst. Dieser Stapel

wird dann in einem Vakuumofen erhitzt. Ausgelöst durch den hohen Anpressdruck und die hohen Temperaturen werden Diffusionsvorgänge zwischen den Grenzschichten der Bleche ausgelöst, die für einen materialschlüssigen festen und gasdichten Verbund der Lagen verantwortlich zeichnen. Voraussetzung für diese Verfahren ist eine Oberflächenrauheit von weniger als  $5\mu\text{m}$ , eine kratzerfreie Oberfläche sowie ein genügend hoher Anpressdruck, so dass der verbleibende Restspalt zwischen gegenüberliegenden Oberflächen im Bereich  $1\mu\text{m}$  liegt. Ebenso wie beim Vakuumlöten müssen die Oberflächen sauber und fettfrei sein. Einfaches Vakuum oder Schutzgasatmosphäre sind ausreichend.

#### 3. Pressen

[0026] Liegen die Oberflächenrauheiten im Bereich  $1\mu\text{m}$  oder darunter und ist die Oberfläche absolut frei von Kratzern, sauber und fettfrei, so ist es möglich ein gasdichtes Aufeinanderliegen der Bleche durch Ausübung eines gleichmäßigen mechanischen Druckes auf den Stapel zu erreichen. Grundlegend hierfür ist, dass der verbleibende Restspalt kleiner als  $1\mu\text{m}$  wird. Dies verursacht eine so hohen Strömungswiderstand zwischen den Platten, dass Fluide zwar geringfügig in den Spalt eintreten können aber keine Lecks darstellen, da keine Strömung, wie sie z.B. in Kapillaren vorkommt entstehen kann.

[0027] Der Werkstoff, aus dem die Funktionsmodule bestehen, richtet sich in erster Linie nach den zu verarbeitenden Stoffen und chemischen Prozessen. Allgemein kommen die für die Chemie tauglichen Werkstoffe Edelstahl, Glas, Keramik, Kunststoff und Halbleiterbaustoffe sowie Kombinationen dieser Werkstoffe in Betracht.

[0028] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein als Wärmeaustauscher einzusetzendes Funktionsmodul (2) für einen Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens 2 Reaktanten nach einem der Ansprüche 2 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass es

(a) auf der oberen Schicht (2a) mindestens 2 voneinander getrennte Systeme von Rillen aufweist, die jeweils unabhängig voneinander mit mindestens zwei Wärmeaustauschermedien mit unterschiedlicher Temperatur beschickt werden können, und

(b) auf der unteren Schicht (2b) mindestens 2 voneinander getrennte Systeme von Rillen aufweist, die parallel zu den Rillen auf der oberen Schicht verlaufen und jeweils unabhängig voneinander mit mindestens zwei gasförmigen und/oder fluiden Reaktanten beschickt werden können.

[0029] Aufgrund des erfindungsgemäßen Wärmeaustauschermoduls ist der Anwender in der Lage, vor-



handene Mikroreaktoren so anzupassen, dass es möglich ist, sie mit unterschiedlich temperierten Reaktanten zu beschicken. Während hochreaktive, zersetzliche Reaktanten sich bei tiefen Temperaturen, vorzugsweise zwischen -100 °C und 0 °C zuführen lassen, können hochviskose, zähe Reaktanten bei erhöhten Temperaturen, vorzugsweise zwischen 20 °C und 200 °C eingeleitet werden.

[0030] Insgesamt wird mit der Erfindung ein modular aufgebautes, miniaturisiertes Reaktionssystem zur Verfügung gestellt, das die Integration verschiedener, für die Prozessführung bedeutsamer Funktionen ermöglicht. Zu diesen Funktionen werden die Zuführung der Reaktanten, deren unterschiedliche präprozessuale Wärmebehandlung, die Zusammenführung der Reaktanten unter kontrollierten thermischen Bedingungen, eine intermediäre thermische Behandlung sowie eine postprozessuale Verweilzeit und die Abfuhr des Reaktionsproduktes in geeignete Vorratsbehälter verstanden.

[0031] Weiterhin Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens 2 Reaktanten, die eine unterschiedliche präprozessuale Wärmebehandlung erfordern, wobei zwei oder mehrere chemische Reaktanten in gasförmiger oder fluider Form in den von zwei oder mehreren übereinander gestapelten Platten oder Schichten eines erfindungsgemäßen Mikroreaktors gebildeten horizontalen Räumen getrennt vortemperiert, gemischt und zur Reaktion gebracht werden.

[0032] Der Begriff "fluide Form" umfasst sowohl Reaktanten, die selbst bei der eingestellten Temperatur in einem flüssigem Aggregatzustand vorkommen, als auch solche Reaktanten, die in einem Gemisch mit einem fluiden Verdünnungsmittel eingesetzt werden. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform werden mindestens zwei Reaktanten in Gegenwart von mindestens einem Verdünnungsmittel in einem erfindungsgemäßen Mikroreaktor zur Reaktion gebracht. Bevorzugte Verdünnungsmittel sind gegebenenfalls halogenierte aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe wie zum Beispiel Hexan, Cyclohexan, Dichlormethan, Tetrachlormethan, Benzol, Toluol oder Chlorbenzol; oder Ether wie zum Beispiel Diethylether, *tert*-Butylmethylether, Dioxan oder Tetrahydrofuran; Ketone oder Amide wie zum Beispiel Aceton, Methylethylketon, Dimethylformamid oder N-Methylpyrrolidon; oder Alkohole wie zum Beispiel Methanol, Ethanol, Propanol, Isopropanol oder Butanol; oder Acetonitril oder Wasser oder Gemische aus diesen Verdünnungsmitteln.

[0033] Um das Verständnis der vorliegenden Erfindung zu erleichtern werden die nachfolgenden illustrativen Beispiele für mögliche Reaktionstypen dargelegt. Die vorliegende Erfindung ist nicht beschränkt auf diese spezifischen Ausführungsformen, sondern umfasst den vollen Umfang der Patentansprüche.

[0034] Beispiele für erfindungsgemäße Reaktionen sind Umsetzungen von elektrophilen Reaktanten mit

nucleophilen Reaktanten, wie zum Beispiel die Reaktion einer metallorganischen Verbindung, insbesondere Alkyllithium oder Alkylmagnesiumhalogenid mit einer Carbonylverbindung unter Ausbildung eines Carbinols, insbesondere wobei die metallorganische Verbindung bei einer Temperatur unterhalb von 0°C und die Carbonylverbindung bei einer Temperatur oberhalb von 0°C zugeführt wird; oder Umsetzungen eines Diens mit einem Dienophil unter Bildung eines Cyclohexens.

## Patentansprüche

1. Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens 2 chemischen Reaktanten, wobei die chemische Prozessführung in horizontalen Räumen stattfindet, die von drei oder mehreren übereinander gestapelten Platten oder Schichten gebildet werden, wobei jeweils jeder Reaktant einen horizontalen Bereich durchströmt, der mit einem Wärmeaustauschermedium in Kontakt steht, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur der jeweiligen Wärmeaustauschermedien unabhängig voneinander eingestellt werden kann.

2. Mikroreaktor nach Anspruch 1, wobei Platten oder Schichten (2a, 2b, 3a, 3b, 4a, 4b) so übereinander gestapelt sind, dass sich Kanäle und sich horizontal erstreckende Räume (6) für die chemische Prozessführung bilden, wobei Funktionsmodule (2, 3, 4) gebildet werden, in denen jeweils einzelne physikalische oder chemische Funktionen ausführbar sind, wobei das erste Funktionsmodul (2) als Wärmeaustauscher ausgestaltet ist, dadurch gekennzeichnet, dass es

(a) auf der oberen Schicht (2a) mindestens 2 voneinander getrennte Systeme von Rillen (30a, 30b) aufweist, die jeweils unabhängig voneinander mit mindestens zwei Wärmeaustauschermedien mit unterschiedlicher Temperatur beschickt werden können, und

(b) auf der unteren Schicht (2b) mindestens 2 voneinander getrennte Systeme von Rillen (40a, 40b) aufweist, die parallel zu den Rillen auf der oberen Schicht verlaufen und jeweils unabhängig voneinander mit mindestens zwei gasförmigen und/oder fluiden Reaktanten beschickt werden können.

3. Mikroreaktor nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet dass die Prozessführung folgende Schritte umfasst:

- Zuführung von mindestens zwei Reaktanten,
- eine für jeden Reaktanten getrennte präprozessuale Wärmebehandlung,
- Zusammenführung der Reaktanten unter kon-

- trollierten thermischen Bedingungen,  
 - eine intermediäre thermische Behandlung,  
 - eine postprozessuale Verweilzeit, und  
 - Abfuhr des oder der Reaktionsprodukte.
4. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass als Funktionsmodule separate Wärmeaustauscher für die Reaktanten, Mischer, Wärmetauscher für die Zusammenführung der Reaktanten, Verweilstrecken, Filter, Verdampfer, Destillationskolonnen oder Extraktionskolonnen vorgesehen sind.
5. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Funktionsmodule vorbereitete vertikale Kanäle zur Verbindung mit benachbarten Funktionsmodulen aufweisen.
6. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Funktionsmodule (2, 3, 4) Anschlüsse und/oder Sensoren aufweisen, die zur Erfassung von Prozessparametern, wie Temperatur, Druck, Strömungsgeschwindigkeit, Volumen- oder Massestrom, pH-Wert, entweder in der Gehäusewandung oder in einzelnen Funktionsmodulen untergebracht sind.
7. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass Regelkreise vorgesehen sind, die aufgrund der gemessenen Parameter den Materialfluss in den fluidischen Anschlüssen sowie die Energiezufuhr und -abfuhr hinsichtlich der Funktionsmodule regeln.
8. Prozess zur Herstellung eines Mikroreaktors zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens zwei chemischen Reaktanten nach einem der Ansprüche 1 bis 7, welcher folgende Schritte umfasst:
- (a) Herstellen von mindestens 3 Platten oder Schichten, deren Oberflächen Mikro- und/oder Feinwerktechnisch so bearbeitet werden, dass sie - zusammen mit der Oberfläche einer weiteren Platte oder Schicht - horizontale Reaktionsräume aufweisen, wobei die erste Platte so ausgestaltet ist, dass jeweils jeder Reaktant einen horizontalen Bereich durchströmt, der mit einem Wärmeaustauschermedium in Kontakt steht, und die Temperatur der jeweiligen Wärmeaustauschermedien unabhängig voneinander eingestellt werden kann;
- (b) Positionieren, Stapeln und Verbinden der einzelnen Platten oder Schichten in geeigneter Reihenfolge.
9. Als Wärmeaustauscher einzusetzendes Funktionsmodul (2) für einen Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens 2 Reaktanten nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass es
- (a) auf der oberen Schicht (2a) mindestens 2 voneinander getrennte Systeme von Rillen (30a, 30b) aufweist, die jeweils unabhängig voneinander mit mindestens zwei Wärmeaustauschermedien mit unterschiedlicher Temperatur beschickt werden können, und
- (b) auf der unteren Schicht (2b) mindestens 2 voneinander getrennte Systeme von Rillen (40a, 40b) aufweist, die parallel zu den Rillen auf der oberen Schicht verlaufen und jeweils unabhängig voneinander mit mindestens zwei gasförmigen und/oder fluiden Reaktanten beschickt werden können.
10. Verfahren zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens 2 Reaktanten, die eine unterschiedliche präprozessuale Wärmebehandlung erfordern, dadurch gekennzeichnet, dass ein oder mehrere chemische Reaktanten in gasförmiger oder fluider Form in den von zwei oder mehreren übereinander gestapelten Platten oder Schichten eines Mikroreaktors nach einem der Ansprüche 1 bis 7 gebildeten horizontalen Räumen getrennt vortemperiert, gemischt und zur Reaktion gebracht werden.

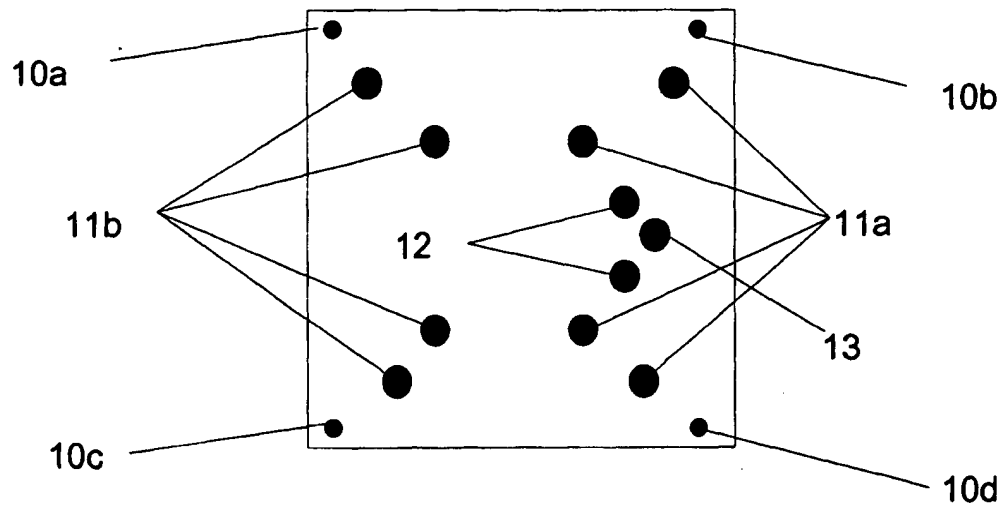


Fig. 1

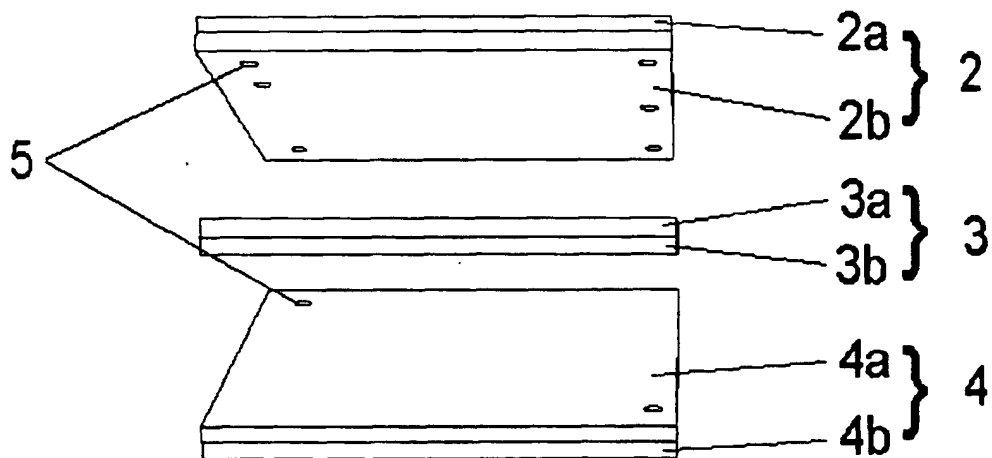
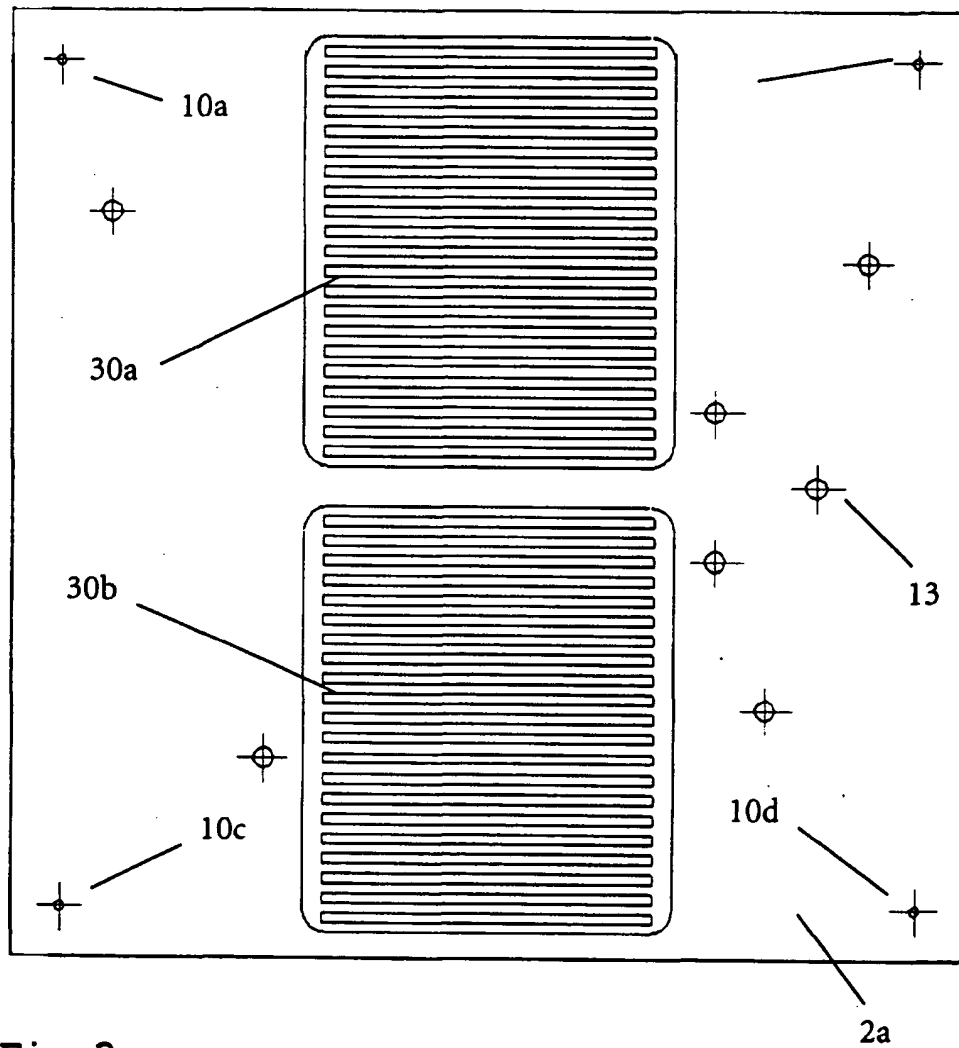
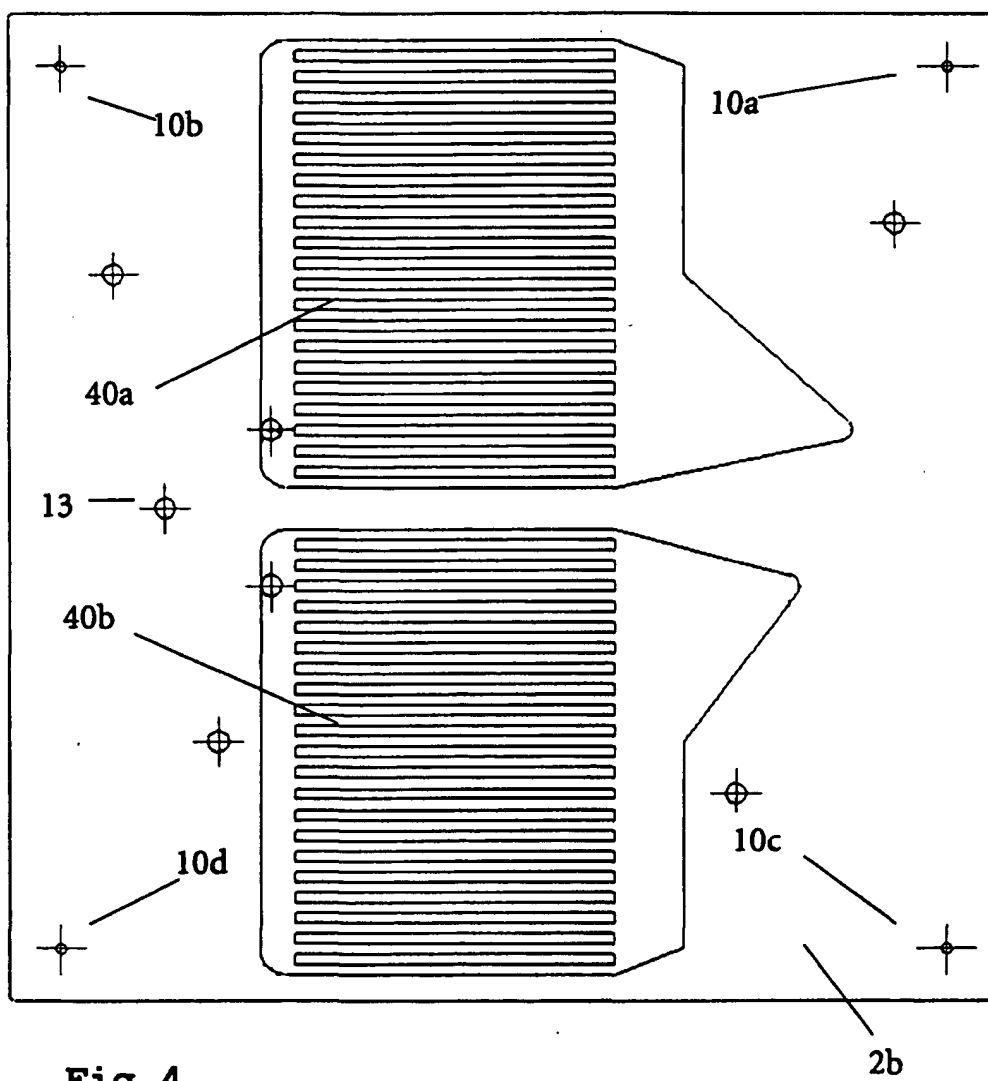


Fig. 2



**Fig. 3**



**Fig. 4**

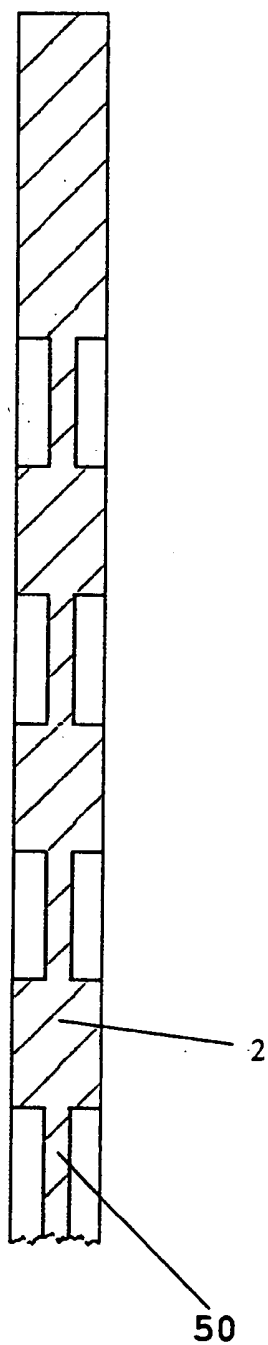


Fig.5

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 1 125 630 A3**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3:  
08.01.2003 Patentblatt 2003/02

(51) Int Cl.7: **B01J 19/00**, F28D 9/00,  
B01F 13/00, B01F 5/06,  
B32B 31/00, F28F 3/04

(43) Veröffentlichungstag A2:  
22.08.2001 Patentblatt 2001/34

(21) Anmeldenummer: 01102955.0

(22) Anmeldetag: 08.02.2001

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

(72) Erfinder:  
• Schwalbe, Thomas, Dr.  
61118 Bad Vilbel (DE)  
• Oberbeck, Sebastian  
35781 Weilburg (DE)

(30) Priorität: 14.02.2000 DE 10006476

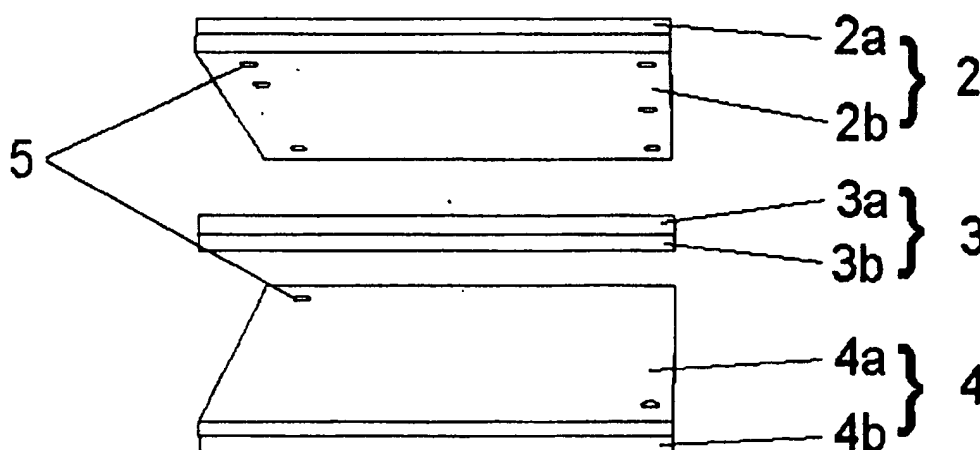
(74) Vertreter: Kompter, Hans-Michael, Dr.  
Kanzlei Heumann, Benz  
Spessartweg 63  
64287 Darmstadt (DE)

(71) Anmelder: CPC Cellular Process Chemistry  
Systems GmbH  
55131 Mainz (DE)

### (54) Mikroreaktor mit verbessertem Wärmetauscher

(57) Die Erfindung betrifft einen Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen von mindestens 2 chemischen Reaktanten, wobei die chemische Prozessführung in horizontalen Räumen (6) stattfindet, die von drei oder mehreren übereinander gestapelten Plat-

ten oder Schichten (2,3,4) gebildet werden, wobei jeweils jeder Reaktant einen horizontalen Bereich durchströmt, der mit einem Wärmeaustauschermedium in Kontakt steht, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur der jeweiligen Wärmeaustauschermedien unabhängig voneinander eingestellt werden kann.



**Fig. 2**

EP 1 125 630 A3



Europäisches  
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 01 10 2955

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	WO 98 55812 A (CHART MARSTON LIMITED ; SYMONDS STEVEN PAUL (GB); SYMONDS KEITH THO) 10. Dezember 1998 (1998-12-10) * das ganze Dokument *	1,5,8,10	B01J19/00 F28D9/00 B01F13/00 B01F5/06 B32B31/00 F28F3/04
X	WO 99 41015 A (POSER SIEGFRIED ; SCHULZ TORSTEN (DE); INST PHYSIKALISCHE HOCHTECH) 19. August 1999 (1999-08-19) * das ganze Dokument *	1,4-6,8	
X	US 5 843 385 A (DUGAN JEFFREY S) 1. Dezember 1998 (1998-12-01) * Spalte 9, Zeile 12 - Spalte 10, Zeile 10 * * Spalte 10, Zeile 50 - Zeile 58 * * Ansprüche 1.26,27; Abbildung 1 *	1,4,5,8,10	
X	US 5 534 328 A (ASHMEAD JAMES W, BLAISDELL CHARLES T ET AL) 9. Juli 1996 (1996-07-09) * Spalte 3, Zeile 32 - Zeile 50 * * Spalte 7, Zeile 28 - Zeile 47 * * Spalte 11, Zeile 66 - Spalte 12, Zeile 67 * * Abbildungen 2-5,10,13,14 *	1,4-6,8	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			B01J F28D B01F B32B F28F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort <b>DEN HAAG</b>		Abschlußdatum der Recherche <b>31. Oktober 2002</b>	Prüfer <b>Vlassis, M</b>
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE. X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)



**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 01 10 2955

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

31-10-2002

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9855812 A	10-12-1998	AU 7666798 A	21-12-1998
		EP 1162426 A2	12-12-2001
		EP 0996847 A1	03-05-2000
		WO 9855812 A1	10-12-1998
		GB 2328275 A ,B	17-02-1999
		GB 2333350 A ,B	21-07-1999
		GB 2333351 A	21-07-1999
WO 9941015 A	19-08-1999	WO 9941015 A1	19-08-1999
		EP 1054735 A1	29-11-2000
US 5843385 A	01-12-1998	US 5658537 A	19-08-1997
		CA 2176432 A1	19-01-1997
		DE 69610467 D1	02-11-2000
		DE 69610467 T2	08-02-2001
		EP 0754492 A2	22-01-1997
US 5534328 A	09-07-1996	AU 6409794 A	11-10-1994
		BR 9405989 A	26-12-1995
		DE 69413012 D1	08-10-1998
		DE 69413012 T2	25-03-1999
		EP 0688242 A1	27-12-1995
		JP 8508197 T	03-09-1996
		WO 9421372 A1	29-09-1994
		US 5690763 A	25-11-1997

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

